

Wifama

PATENTE DE INVENÇÃO Nº. 91760

MEMÓRIA DESCRITIVA DO INVENTO

para

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE PRIMÁRIOS AQUOSOS À BASE DE COPOLÍMEROS CONTENDO GRUPOS AMINO E DESTES COPOLÍMEROS"

que apresenta

HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN, alemã, industrial e comercial, com sede em Henkelstrasse 67, 4000 Düsseldorf, República Federal da Alemanha

RESUMO

A invenção refere-se ao processo de preparação de primários aquosos que contêm 5 a 30% em peso de copolímeros que incluem grupos amino, obtidos por copolimerização de

a) 50 a 90% em peso de um ou vários monómeros isentos azoto, com uma ligação dupla olefínica, e

b) 50 a 10% de pelo menos um monómero ou vários monómeros contendo uma função amina terciária e/ou dialilamina linearmente polimerizável, sendo os copolímeros eventualmente neutralizados ou quaternizados, total ou parcialmente, para proporcionarem sistemas limpidos com excelentes propriedades de penetração e aderência no tratamento de superfícies porosas, em especial, a base de massas contendo gesso ou cimento.

A invenção refere-se à aplicação de copolímeros à base de grupos amino, obtidos através da copolimerização, respectivamente em relação a cada copolímero, de:

- 2 -
Wifama

a) 50 a 90% em peso de um ou vários monómeros isentos de azoto com uma ligação dupla olefínica, e

b) 50 a 10% em peso de pelo menos um monómero ou de vários monómeros, contendo uma função amina terciária e/ou dialilamina, linearmente polimerizáveis, sendo os grupos amino dos copolímeros eventualmente neutralizados, total ou parcialmente, ou quaternizados, de modo a obter-se uma composição aquosa, límpida, como primário para superfícies porosas, em especial superfícies de materiais contendo gesso ou cimento.

Primários (primer) são aplicados a fim de preparar os substratos para trabalhos posteriores, por exemplo pinturas que contêm massas com gesso ou cimento para a aplicação de revestimentos de soalhos. Se possível, eles devem penetrar no material do substrato e impregná-lo e enrijecê-lo. Além disso, os resíduos de poeira nas superfícies devem ser ligados e devem ser formadas ligações adesivas para as posteriores aplicações com massas de revestimento ou de nivelamento à base de cimento, em especial para posteriores trabalhos de colagem e recobrimento, por exemplo com elementos de revestimento à base de epóxido. De acordo com o folheto "Avaliação e preparação prévia de substratos, colagem de revestimentos de soalhos elásticos e têxteis" (publicado pela Comissão Técnica de Adesivos para Construção da Secção Especializada da Indústria de Adesivos, Novembro de 1985), os primários podem ser soluções de borracha sintética ou soluções de resina sintética em dissolventes orgânicos, resinas de reacção contendo dissolventes de dois componentes, dispersões aquosas de borracha sintética (os chamados látex) ou dispersões aquosas de resinas sintéticas (dispersões de poliacrilato, dispersões de acetato de polivinilo e semelhantes).

As soluções de borracha sintética, em especial à

- 3
Wifama

base de cloropreno, mostraram já muitas vezes serem valiosas como primários e têm um largo campo de aplicação. Uma desvantagem consiste em que as soluções de borracha sintética, como formadores de película típicos, não penetram nos substratos. No entanto, principalmente o elevado teor de dissolventes inflamáveis (cerca de 75%) tem originado numerosos acidentes.

Portanto, foram introduzidas no mercado as dispersões à base de cloropreno como primários de fácil processamento. De facto, com eles se baniu o perigo de incêndios ou explosões, no entanto permaneceu o efeito desvantajoso, típico dos produtos à base de resina sintética, da falta de capacidade de penetração não ocorre um efeito de impregnação.

Os primários de reacção, contendo dissolventes, à base de epóxido e de poliuretano, em virtude do reduzido peso molecular dos pré-polímeros e do dissolvente, penetram profundamente no substrato e produzem efeitos de enrijecimento extraordinariamente bons. Também é vantajosa a acção de ligação de aderência, principalmente quando revestimentos do mesmo sistema são aplicados num ritmo cronologicamente certo. No entanto, são desvantajosos os altos preços destes sistemas, sobretudo, além disso, trata-se, quanto aos ingredientes (aminas ou isocianatos como endurecedores; dissolventes) de substâncias perigosas. Também a formulação, como sistema de dois componentes, pode dar ocasião a erros de misturação. No caso de elevadas espessuras de aplicação em subsequentes trabalhos que não estão incluídos no sistema (por exemplo, num revestimento posterior com massas de alisamento à base de cimento), podem ser exigidos espalhamentos, por exemplo com areia seca ao fogo.

Os primários à base de dissolventes orgânicos que dissolvem as resinas sintéticas (por exemplo acetato de po-

Wifama

livinilo, poliacrilato) têm sido aprovados, todavia têm sido recusados por fabricantes principalmente devido ao elevado teor de dissolventes, por razões de poluição ambiental e higiene no trabalho. Estes sistemas foram substituídos pelas correspondentes dispersões aquosas (à base de poliacrilatos, acrilatos de polistireno e acetato de polivinilo), os quais entretanto abrangem uma área de aplicação relativamente ampla. Todavia, nestes sistemas é desvantajoso o facto de que eles também não possuem nenhuma capacidade de penetração. As dispersões formam películas mesmo sobre substratos porosos. Estas dispersões não possuem uma acção em profundidade, respectivamente uma impregnação.

Conhecem-se ainda emulsões de amino-acrilatos como primários para emprego em substratos de betão, vide C.A. 92 (14): 112 366e (1979). A parte de acrilatos de amino nestes sistemas, contudo, é tão pequena que somente dispersões aquosas podem ser obtidas, todavia não são soluções ou composições aquosas límpidas. Consequentemente, as referidas dispersões não têm nenhuma capacidade de penetração e são semelhantes aos primários de dispersão existentes no mercado, que são realmente boas composições adesivas, porém nenhuma são meios de impregnação.

Como já foi mencionado, é necessário, no entanto, em muitos substratos justamente uma impregnação através da penetração do primário na estrutura das superfícies a serem tratadas. Uma boa ligação, por exemplo entre a camada do soalho e o adesivo, ou uma boa aderência interna de um revestimento de plástico não deve passar directamente para o substrato rígido, não elástico, inorgânico. Possivelmente, este substrato é ainda de superfície macia. Mesmo após a retirada da camada superior mediante aplainamento ou fresamento, e aspiração da poeira por meio de poderosos aspiradores de pó, verificou-se que era necessário aplicar primários com acção em profundidade visto que, de outra forma,

-5-
Wifama

as camadas do soalho juntamente com a zona da borda superior, durante um carregamento, poderiam facilmente soltar-se. Os produtos de reacção de dois componentes, contendo dissolventes, acima mencionados, comprovaram-se, portanto, apesar dos problemas de higiene no trabalho neles implícitos, e apesar das dispersões aquosas já existentes no mercado, como sendo insubstituíveis.

A invenção dirige-se a primários aquosos, que são essencialmente isentos de dissolventes orgânicos e substâncias perigosas fisiologicamente inaceitáveis, e que possuem a exigida acção em profundidade, em especial nas superfícies porosas, assim como possuem a capacidade de aderência que é exigida aos primários. Este objectivo é alcançado de acordo com a invenção, pelo emprego dos polímeros mencionados inicialmente. Os primários da invenção são especialmente adequados para a preparação de composições de revestimento contendo gesso ou cimento para a aplicação de revestimentos de plásticos ou de meios-adesivos para recobrimentos de soalhos.

Os copolímeros que possuem grupos amino e devem ser empregados de acordo com a invenção são já conhecidos em si mesmos, como material de revestimento para placas, desde a patente alemã DE-A 2 135 073, a cujo conteúdo se faz referência.

Como monómeros isentos de azoto a serem empregados de acordo com a invenção, para a preparação dos copolímeros contendo grupos amino, podem ser mencionados especialmente os seguintes:

- ácidos mono- e dicarboxílicos alfa, beta-insaturados, em especial os ácidos acrílico, metacrílico, crotonico, itacónico, maleico e fumárico, incluindo os respectivos ésteres, por exemplo o alquiléster do ácido acrílico, o alquiléster do ácido metacrílico, o acrilato e metacrilato de

6
Wifama

hidroxietilo; acrilato e metacrilato de beta-hidroxi-propilo; acrilato e metacrilato de beta-hidroxi-butilo; acrilato e metacrilato de gama-hidroxi-butilo; monoacrilato e metacrilato de glicerina; monoacrilato e metacrilato de etilenoglicol; além disso, viniléster, em especial acetato de vinilo, e viniléter, assim como o estireno (eventualmente em mistura com o butadieno); alfa-metil-estireno; vinil-tolueno e semelhantes. Os monómeros isentos de azoto preferidos são os ésteres do ácido acrílico e metacrílico, com monoálcoois em C_1-C_4 , por exemplo os ésteres de metilo, etilo, propilo e butilo, eventualmente em mistura com o ácido acrílico e/ou metacrílico. Os monómeros acima citados podem ser empregados isolados ou em misturas. São especialmente preferidos os copolímeros do tipo anteriormente referido, nos quais os monómeros isentos de azoto são os ésteres do ácido acrílico com os monoálcoois em C_1-C_4 , por exemplo metanol, etanol, propanol ou butanol.

Os monómeros linearmente polimerizáveis, que contêm pelo menos uma função amina terciária são já conhecidos dos técnicos especialistas em polímeros. Os representantes típicos são os alquilésteres de dialquilamino dos ácidos acrílico, metacrílico, maléico, itacónico e fumárico, assim como a dialilamina. Também podem ser empregadas as correspondentes alquilamidas de dialquilamino dos mencionados ácidos, por exemplo dimetilamino-propilmetacrilamida.

São particularmente preferidos os ésteres dos ácidos acrílico ou metacrílico com monoalcanóis em C_2-C_6 que possuem uma função amina terciária, tais como o acrilato e metacrilato do dimetil-amino-etilo; acrilato e metacrilato do dietil-amino-etilo; acrilato e metacrilato do dipropil-amino-etilo; acrilato e metacrilato do dibutil-amino-etilo; acrilato e metacrilato do 2-(dimetilamino)-propilo; acrilato e metacrilato do 2-(dietilamino)-butilo; acrilato e metacrilato do dimetilamino-neopentilo, e semelhantes. Os

Wifama

monómeros acima citados podem ser empregados isolados ou em misturas.

No caso de menores quantidades em peso, por exemplo inferiores a 20% em peso de monómeros linearmente polimerizáveis contendo pelo menos uma função amina terciária, o técnico especialista, a fim de obter composições límpidas, escolherá os monómeros isentos de azoto, de tal forma que eles sejam solúveis em água, pelo menos parcialmente. Um comonómero que é pelo menos parcialmente solúvel em água é, por exemplo, o metiléster do ácido acrílico (acrilato de metilo), que é especialmente vantajoso no âmbito da invenção.

De acordo com uma outra forma de realização vantajosa da invenção, os copolímeros que contêm grupos amino são produzidos a partir de 90 a 50, em especial 80 a 60% em peso de acrilato de metilo e 10 a 50, em especial 20 a 40% em peso de ésteres do ácido acrílico e/ou metacrílico com alcanóis em C_2-C_6 que possuem uma função amina terciária. Prefere-se que, neste caso, a função amina terciária seja um grupo dimetilamino ou dietilamino.

De acordo com uma outra forma de realização vantajosa da invenção, os copolímeros que contêm grupos amino têm temperaturas de transição de vidro (T_g) compreendidas no intervalo entre -20 e $+30^\circ C$. A regulação de uma respectiva temperatura de transição de vidro por meio da escolha das composições apropriadas de comonómeros e/ou das condições da polimerização é uma medida corrente para o especialista em polímeros.

De acordo com uma outra forma de realização vantajosa da invenção, as composições aquosas contêm os copolímeros que possuem grupos amino numa quantidade que oscila entre 5 e 30, especialmente entre 8 e 15% em peso, relativamente ao peso total da composição.

-8-
Wifama

Consoante uma outra forma de realização vantajosa da invenção, as composições aquosas contêm 1 a 10, preferivelmente 2 a 5% em peso de um monoálcool em C_2-C_4 fisiologicamente aceitável, por exemplo etanol, propanol e/ou butanol, de preferência isopropanol, por meio do qual é aperfeiçoada a capacidade de penetração do primário aquoso consoante a invenção; preferivelmente, as composições aquosas possuem valores de pH no intervalo de 4,0 e 7,0.

Uma outra vantagem dos copolímeros a serem empregados de acordo com a invenção é baseada no facto de que as composições que contêm os ditos copolímeros são límpidas, ou seja, têm o aspecto de soluções límpidas, de forma que pode-se considerar apenas uma opalescência residual mínima. Portanto, as composições aquosas ocorrem como soluções ou como dispersões em finíssimas partículas que se aproximam muito do estado de soluções. Estas composições límpidas podem ser obtidas quando se adiciona a uma dispersão aquosa dos copolímeros, assim como de um ácido e, neste caso, se neutralizam os copolímeros ou se neutralizam os grupos amino dos referidos copolímeros, até que resulta justamente uma composição límpida. A quantidade do ácido para isso necessária depende do tipo e da composição do copolímero. A fase límpida estabelece-se em geral logo quando é neutralizada apenas uma parte das funções aminas; é evidente, no entanto, que também é possível neutralizar o conjunto das funções aminas.

Para a neutralização são apropriados os usuais ácidos orgânicos e/ou inorgânicos, fisiologicamente aceitáveis, como os ácidos sulfúrico, clorídrico, fosfórico, fórmico, acético e semelhantes. São especialmente preferidos os ácidos fosfórico, fórmico e/ou acético.

Em vez da neutralização com ácidos, aqui preferida, pode-se também quaternizar os grupos amino dos copolímeros

Wifama

com os usuais agentes de alquilização, em especial o iodeto de metilo, para a obtenção de composições aquosas límpidas.

A invenção é ainda orientada para os primários aquosos à base de 5 a 30%, em especial 8 a 15% em peso de copolímeros contendo grupos amino, com relação ao peso total da substância adesiva, e são obtidos por meio da copolimerização, respectivamente em relação aos copolímeros, de

a) 50 a 90% em peso de um ou vários monómeros isentos de azoto com uma ligação dupla olefínica, e

b) 50 a 10% em peso de pelo menos um monómero, ou de vários monómeros contendo uma função amina terciária e/ou dialilamina, linearmente polimerizáveis,

sendo os grupos amino dos copolímeros eventualmente neutralizados, total ou parcialmente, ou quaternizados, de modo a obter-se uma composição aquosa límpida.

As características preferidas dos primários da invenção já foram explicadas no texto mais acima.

Para os primários da invenção pode ser desejável regular uma viscosidade o mais reduzida possível. Para o técnico especialista estão à disposição diversas possibilidades. Assim, por exemplo, durante a formação dos copolímeros pode-se adicionar pequenas quantidades de reguladores. Reguladores adequados são o ácido tioglicólico ou o mercapto-etanol. A fracção de reguladores não deve exceder os 2%. Em muitos casos, são suficientes adições de 0,5 ou 0,1% e por vezes até mesmo ainda quantidades menores, para a redução da viscosidade. Deve-se prestar atenção somente ao facto de que quantidades maiores de reguladores podem prejudicar a capacidade de aderência a proporção respectiva de reguladores, no entanto, pode ser determinada mediante ensaios simples pelo especialista.

Os primários aquosos da invenção podem ainda conter

10
Wifama

os aditivos usuais, tais como conservantes, corantes, aromatizantes e produtos similares.

A preparação dos primários aquosos consoante a invenção pode efectuar-se mediante processos já conhecidos. Deve-se atentar somente em que o peso molecular dos copolímeros não pode ser inferior a 15 000, preferivelmente 30 000, visto que, de contrário, podem ser prejudicadas as propriedades de colagem.

A preparação dos copolímeros aquosos da invenção decorre, por exemplo, mediante a polimerização em solução aquosa, antes ou depois da adição do agente de neutralização ou de quaternização. Se os comonomeros da solução aquosa de monómeros não deverem ser solúveis, então pode-se operar também no género de uma polimerização por precipitação, num agente que não está em solução; o material obtido pela polimerização por precipitação pode em seguida ser dissolvido em solução aquosa, que pode conter o agente de neutralização ou de quaternização. Os agentes de neutralização ou de quaternização podem ser adicionados durante a polimerização em solução aquosa, desde o início, todavia eles podem também ser adicionados somente para o fim da polimerização.

Com um elevado teor de comonomeros solúveis em água pode ser, além disso, efectuada também uma polimerização por emulsão, de forma que então são preparados, em seguida, os primários aquosos por meio de neutralização ou quaternização. Na polimerização por emulsão pode ser conveniente adicionar substâncias que produzem uma pequena diminuição da viscosidade. Aliás, podem também ser adicionados reguladores do peso molecular, a fim de se impedir um peso molecular elevado, por exemplo superior a 1 000 000.

A seguir, a invenção é explicada com mais pormenores com base em exemplos de realização preferidos.

- 11 -
Wifama

Exemplo 1

Preparou-se uma composição aquosa de primário com um copolímero, constituída por: 35% em peso de metacrilato de dimetil-amino-etilo (DMAEM); 25% em peso de metacrilato de metilo (MMA), 20% em peso de acrilato de butilo (BUA) e 20% em peso de acrilato de etilo (EA) (temperatura de transição de vidro: cerca de 0°C), de acordo com a seguinte formulação:

Solução prévia:

21,4 partes em peso de água,

0,1 partes em peso de um catalisador (2,2-azo-bis-(2-amidino-propano)-dihidro-cloreto);

Solução de adição 1:

9,5 partes em peso de metacrilato de dimetilamino-etilo,

6,8 partes em peso de metacrilato de metilo,

5,4 partes em peso de acrilato de butilo,

5,4 partes em peso de acrilato de etilo.

Solução de adição 2:

0,13 partes em peso de catalisador (como acima)

3,7 partes em peso de água.

Solução de diluição:

21,4 partes em peso de água.

Solução de neutralização:

23,1 partes em peso de água,

1 parte em peso de ácido fórmico a 85%,

2,1 partes em peso do ácido fosfórico, a 85%;

Total: cerca de 100 partes em peso de solução de polímero aquosa a cerca de 30%.

A preparação decorreu num recipiente reaccional com

Wifama

agitador, aquecimento, arrefecimento, refrigerador sob refluxo, medição da temperatura e dois recipientes de adições. Neste caso, inicialmente, preparou-se no recipiente reacção a solução prévia feita de água e catalisador. As soluções de adição 1 e 2 foram colocadas nos recipientes de adição separados. A solução prévia foi aquecida com agitação até 80°C. Em seguida adicionaram-se as duas soluções de adição, paralelamente, dentro de 180 minutos, de forma que a temperatura subiu até 86°C. Terminada a adição, a mistura reacção foi agitada durante 60 minutos, a 80°C. Em seguida, a dispersão foi diluída com água e com a solução de neutralização foi transformada numa composição límpida (grau de neutralização: 65%).

O produto da reacção foi obtido sob a forma de uma solução amarelada ligeiramente, quase límpida ou ligeiramente opaca e tinha uma viscosidade segundo Brookfield superior a 6 000 mPas (fuso 5, 200 rpm); o resíduo seco somava $29,5 \pm 0,5\%$. O produto da reacção após a diluição em um teor de copolímero de cerca de 12% em peso e adição de 3% em peso, relativo ao peso total da solução, de isopropanol, ocorreu como um primário eficaz para os revestimentos à base de gesso ou de cimento e possuía uma boa capacidade de penetração.

Exemplos 2 e 3

Na forma descrita no exemplo 1, prepararam-se primários aquosos com as composições de copolímeros a seguir indicadas:

35% em peso de metacrilato de dimetil-amino-etilo;

29% em peso de acrilato de butilo;

36% em peso de metacrilato de etilo (Tg: cerca de 0°C).

30% em peso de metacrilato de dimetil-amino-etilo;

- 17 -
Wifama

60% em peso de acrilato de etilo;

10% em peso de ácido metacrílico (Tg: cerca de -5°C).

Também estes primários, após a adição de um ácido, assim como após a diluição até um teor de copolímero de cerca de 12% em peso com a adição de 3% em peso relativo ao peso total da solução, de isopropanol, apresentaram valores de penetração excelentes em revestimentos à base de gesso e cimento.

Exemplo 4

Preparou-se uma composição aquosa de primários com um copolímero, constituída por 80% em peso de acrilato de metilo e 20% em peso de metacrilato de dimetil-amino-etilo, de acordo com a seguinte formulação.

Formulação:

Solução prévia:

62,7 partes em peso de água desmineralizada

0,2 partes em peso de 2,2'-azo-bis-(2-amido-propano)-di-hidro-cloreto.

Solução de adição 1:

5,8 partes em peso de metacrilato de dimetil-amino-etilo,
22,9 partes em peso de acrilato de metilo.

Solução de adição 2:

0,15 partes em peso de 2,2'-azo-bis-(2-amidino-propano)-di-hidro-cloreto

4,1 partes em peso de água desmineralizada.

Ácido neutralizador:

4,1 partes em peso de ácido sulfúrico a 30%.

A formulação acima indicada produz 100 partes em peso de uma solução de polímeros aquosa, a cerca de 30%.

Unifama

A preparação decorreu inicialmente num recipiente reaccional com um sistema de agitação, aquecimento, arrefecimento, refrigerador sob refluxo, medição da temperatura e dois recipientes de adições.

Realização:

Neste caso, primeiramente aqueceu-se a água no recipiente reaccional até 80°C, em seguida adicionou-se o catalisador. Nos dois recipientes de adições separados colocaram-se as soluções de adição 1 e 2. Dentro de 3 horas adicionaram-se, paralelamente, as duas soluções de adição, de forma que a temperatura da reacção foi mantida entre 80 e 85°C. Depois de a adição ter terminado, agitou-se a mistura durante 60 minutos, a 80°C. Em seguida, o conteúdo do reactor foi arrefecido para menos de 45°C e, mediante a adição da solução de neutralização dentro de cerca de 30 minutos, foi ajustado para um valor de pH de cerca de 4,5.

Propriedades do produto da reacção:

Solução límpida, fracamente amarelada

Resíduo seco: $30,0 \pm 0,5\%$ (após a secagem a 60-80°C, em vácuo de bomba a óleo).

Viscosidade segundo Brookfield: (medida a 25°C com fuso 5 a 20 rpm): - 20 000 - 50 000 mPas

Valor do pH: $4,5 \pm 0,2$.

b) Preparação do primário:

38,5 partes em peso da solução de polímero acima foram diluídas com 58,5 partes em peso de água desmineralizada e 3 partes em peso de isopropanol.

Exemplo de comparação:

O primário aquoso de acordo com o Exemplo 4, foi comparado com os seguintes primários A e B, usuais no comércio:

- 15 -
Wifama

Primário A:

Dispersão de estireno-acrilato com um teor de corpos sólidos de 50%, com um tamanho médio de partículas de 0,1 μ e uma temperatura mínima para a formação de película de 20°C - 40 partes em peso;

Dietilenoglicol - 3 partes em peso;

Conservante comercial à base de benziso-tiazolin-2-ona -
- 0,1 partes em peso;

Agente anti-espuma comercial, à base de ésteres de ácido gordo e hidrocarbonetos alifáticos - 0,1 partes em peso;

Água - 55,8 partes em peso.

Este primário tinha as seguintes especificações:

Teor de corpos sólidos - 20%

Valor do pH - 7,2

Viscosidade a 20°C: - 12 segundos, segundo DIN 53 211;

Escoamento: - bocal de 4 mm.

O primário tinha a forma de uma dispersão branca, não transparente (emulsão).

Primário B:

Trata-se de um primário corrente no comércio, à base de resina de epóxido/poliamida.

Componentes da resina:

Resina de epóxido sólida, dissolvida em tolueno/
/xileno/acetato de etilo, com um valor de epóxido de 0,200
a 0,225, um ponto de amolecimento (R. + B.) de 64 a 74°C
e uma densidade de 1,19

Xileno

22,5%

Tolueno

7,5%

Acetato de etilo

17,0%

53,0%

Componentes do endurecedor:

Adueto de poliamino-amida dissolvido em xileno/bu-

16
Wifama

tanol/tolueno/etanol, com um teor de amina entre 125 e 140	15,0%
Xileno	8,0%
Butanol	2,0%
Tolueno	16,5%
Etanol	58,5%

O primário B apresentava as seguintes especificações:

	<u>Componentes de resina</u>	<u>Componentes do endurecedor</u>
Corpos sólidos	22,50%	15,00%
Peso específico	0,95%	0,85%
Viscosidade medida a 20°C		
consoante DIN 53 211	10 - 11 seg.	11 - 12 seg.
Escoamento: bocal de 4 mm.		

A partir dos primários acima referidos determinaram-se os valores de aderência das camadas aplicadas sobre revestimentos de cimento e anidrito e foram comparados com os do exemplo 4 da invenção. Os primários foram aplicados com um rolo sobre um revestimento de cimento e anidrito. Os substratos em questão apresentavam as características que se seguem:

- Revestimento de cimento: - placas usuais no comércio, fabricadas a partir de cimento da marca Portland, areia de quartzo que tinha uma granulometria compreendida entre 0 e 8 milímetros e água.
- Revestimento de anidrito: - revestimento de anidrito corrente no mercado de materiais de construção, produzido a partir de um ligando de anidrito AB 20, areia de quartzo com a granulometria compreendida nos valores entre 0 e 8 milímetros e água.

Após a aplicação dos primários, e passado o tempo

17 -
Wifann

de espera de 24 horas, revestiu-se com uma massa de nivelamento à base de cimento. Decorridas outras 24 horas de tempo de espera, colaram-se sobre a camada de revestimento placas adesivas de aço com uma cola de resina de epóxico, de dois componentes.

A determinação dos valores de aderência decorreu com uma realização electrónica do Hiet-Testers 4 (fabricante: Hottingen/Baldwin-Messtechnik).

Passadas 24 horas foram verificados os seguintes valores de aderência

	Exemplo 4	A	B
Revestimento de cimento	3,70 N/mm ²	2,54 N/mm ²	3,21 N/mm ²
Revestimento de anidrito	3,10 N/mm ²	2,81 N/mm ²	3,54 N/mm ²

Constata-se que com o primário da invenção obtiveram-se valores de aderência similarmente bons, como o produto com dois componentes B contendo dissolvente, e melhores valores do que a emulsão de primário leitosa A.

18
Wifama

REIVINDICAÇÕES

1ª. - Processo para a preparação de primários aquosos à base de copolímeros contendo grupos amino, caracterizado pelo facto de, como veículo se empregarem 5 a 30% em peso, relativamente ao peso total da tinta primária, de copolímeros contendo grupos amino, obtidos por copolimerização de

a) 60 a 90% em peso de um monómero ou de vários monómeros isentos de azoto com uma ligação dupla olefínica, e

b) 40 a 10% em peso de pelo menos um monomero ou vários monómeros linearmente polimerizáveis possuindo uma função amina terciária, e/ou dialilamino, sendo as referidas percentagens baseadas no peso de copolímero e sendo os copolímeros neutralizados ou quaternizados até se atingir uma composição transparente.

2ª. - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de os monómeros isentos de azoto serem ésteres derivados do ácido acrílico ou do ácido metacrílico e de monoalcanóis com 1 a 4 átomos de carbono, eventualmente em mistura com ácido acrílico e/ou ácido metacrílico.

3ª. - Processo de acordo com as reivindicações 1 ou 2, caracterizado pelo facto de os monómeros isentos de azoto serem ésteres derivados de ácido acrílico e de monoalcanóis com 1 a 4 átomos de carbono.

4ª. - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo facto de os monómeros que contém grupos amino serem ésteres derivados do ácido acrílico ou do ácido metacrílico e de monoalcanóis com 2 a 6 átomos de carbono, que possuem funções amina terciária.

- 10 -
Wifama

5ª. - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo facto de os copolímeros serem preparados a partir de 90 a 50%, especialmente 80 a 60% em peso de metacrilato, e 10 a 50%, especialmente 20 a 40% em peso de ésteres derivados do ácido acrílico e/ou do ácido metacrílico e de alcanóis com 2 a 6 átomos de carbono e possuindo uma função amina terciária.

6ª. - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo facto de os copolímeros que contém grupos amino terem temperaturas de transição vítrea compreendidas entre -20°C e $+30^{\circ}\text{C}$.

7ª. - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo facto de as composições aquosas conterem os copolímeros que incluem grupos amino numa quantidade compreendida entre 8 e 15% em peso relativamente ao peso total da composição.

8ª. - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo facto de as composições aquosas conterem 1 a 10%, especialmente, 2 a 5% em peso de um monoalcanol com 2 a 4 átomos de carbono.

9ª. - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo facto de as composições aquosas possuírem valores de pH compreendidos dentro do intervalo de 4,0 a 7,0.

10ª. - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 9, caracterizado pelo facto de os grupos amino dos copolímeros serem neutralizados ou quaternizados até se obter uma composição aquosa límpida.

Unifarm

11ª. - Processo para a preparação de copolímeros contendo grupos amino, apropriados para serem usados como veículos de primários aquosos, caracterizado pelo facto de se efectuar a copolimerização de

a) 50 a 90% em peso de um ou vários monómeros isentos de azoto com uma ligação dupla olefínica e

b) 50 a 10% de, pelo menos, um monómero ou vários monómeros contendo uma função amina terciária e/ou dialilamina, linearmente polimerizáveis, sendo os grupos amino dos copolímeros eventualmente neutralizados ou quaternizados total ou parcialmente, de modo a obter-se uma composição aquosa límpida, especialmente apropriada como veículo de primários para superfícies porosas, em especial, superfícies de materiais contendo gesso ou cimento.

12ª. - Processo de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo facto de os monómeros isentos de azoto serem ésteres derivados dos ácidos acrílico ou metacrílico e de monoalcanóis com 1 a 4 átomos de carbono, eventualmente em mistura com ácido acrílico e/ou metacrílico.

13ª. - Processo de acordo com as reivindicações 11 e 12, caracterizado pelo facto de os monómeros isentos de azoto serem ésteres derivados do ácido acrílico e de monoalcanóis com 1 a 4 átomos de carbono.

14ª. - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 11 a 13, caracterizado pelo facto de os monómeros que contêm os grupos amino serem ésteres derivados dos ácidos acrílico ou metacrílico com monoalcanóis com 2 a 6 átomos de carbono que possuem funções amino terciária.

15ª. - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 11 a 14, caracterizado pelo facto de os copolímeros

Wifama

serem preparados a partir de 90 a 50%, especialmente, 80 a 60% em peso de metacrilato de metilo e 10 a 50%, especialmente, 20 a 40% em peso de ésteres derivados do ácido acrílico e/ou metacrílico e de alcanóis com 2 a 6 átomos de carbono, que possuem uma função amina terciária.

16ª. - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 11 a 15, caracterizado pelo facto de os copolímeros contendo grupos amino terem temperaturas de transição vítrea compreendidas entre -20°C e $+30^{\circ}\text{C}$.

17ª. - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 11 a 16, caracterizado pelo facto de as composições aquosas conterem os copolímeros que incluem grupos amino numa quantidade compreendida entre 50 e 30%, especialmente entre 8 e 15% em peso, relativamente ao peso total da composição.

18ª. - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 11 a 17, caracterizado pelo facto de as composições aquosas conterem 1 a 10%, em especial, 2 a 5% em peso de um monoalcanol com 2 a 4 átomos de carbono.

19ª. - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 11 a 18, caracterizado pelo facto de as composições aquosas possuírem um valor de pH compreendido dentro do intervalo de 4,0 a 7,0.

20ª. - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 11 a 19, caracterizado pelo facto de os grupos amino dos copolímeros serem neutralizados ou quaternizados até se obter uma composição aquosa límpida.

Lisboa, 20 de Setembro de 1989

O Agente Oficial da Propriedade Industrial

R. de C. Carvalho

Américo da Silva Carvalho
Agente Oficial da Propriedade Industrial
R. Castilho, 201-3. E-1000 LISBOA
Telefs. 65 13 39 - 65 46 13